

GCMS 法测定地沟油中的胆固醇

GCMS-088

摘要：本文采用 GC/MS 法对油中的胆固醇进行测定。油样经皂化后，甾醇作为不皂化物被提取出来。回收率在 84% ~ 112% 之间，重复性良好。该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

关键词：气相色谱 – 质谱联用仪 地沟油 胆固醇

地沟油是质量、卫生极差的非食用油，最主要的特点就是油脂劣质，甚至有毒有害。反复使用的地沟油，还会发生受热分解，直接产生致癌物。一些不法之徒受利益驱动，将地沟油提炼后，冒充普通的植物油销售，给民众食品安全带来严重威胁。探索一种行之有效的检测方法将地沟油与正常食用植物油区分出来，可为地沟油的管理与监测提供有效的手段。

地沟油的原料主要来源于餐馆的餐厨垃圾，往往会有大量的动物性食品。因此，其中不可避免的混有动物脂肪。动植物组织中都含有甾醇，动物油脂的特征性甾醇是胆固醇，而植物油中一般不含或含有极少量的胆固醇。因此通过测定油中胆固醇的量，即可判定植物油中是否含有动物油脂，从而判断该油是否混有地沟油。

胆固醇的测定方法有气相色谱法 (GC)、高效液相色谱法 (HPLC)、超临界流体色谱法等。考虑到 GC/MS 灵敏度高，可有效排除样品基质对目标化合物的干扰，定性、定量更为准确，本文采用 GC/MS 法对油中的胆固醇进行测定。油样经皂化后，甾醇作为不皂化物被提取出来。回收率在 84% ~ 112% 之间，重复性良好。该方法操作简单，灵敏度高，适用性强。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 – 质谱联用仪

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5 Sil MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：300℃

柱温程序：275℃ (12 min)_20℃ /min_300℃ (12 min)

恒线速度方式：48.5 cm/sec

进样方式：分流进样，分流比为 20:1

离子化方式：EI

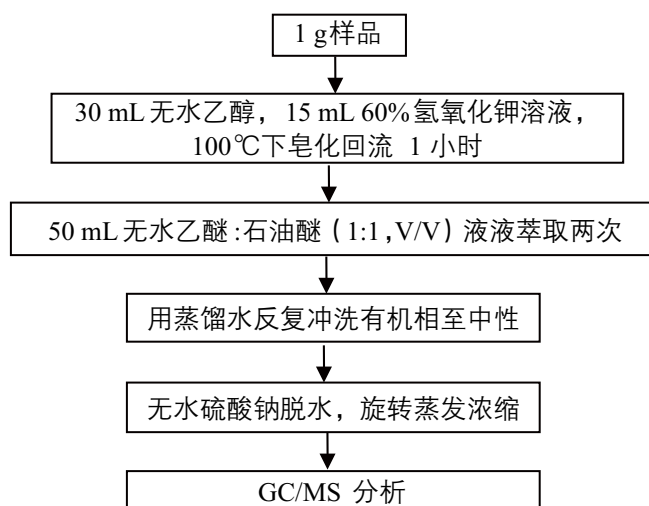
离子源温度：230℃

接口温度：280℃

溶剂延迟时间：3 min

采集方式：Scan

1.3 样品制备



结果讨论

2.1 胆固醇的 TIC

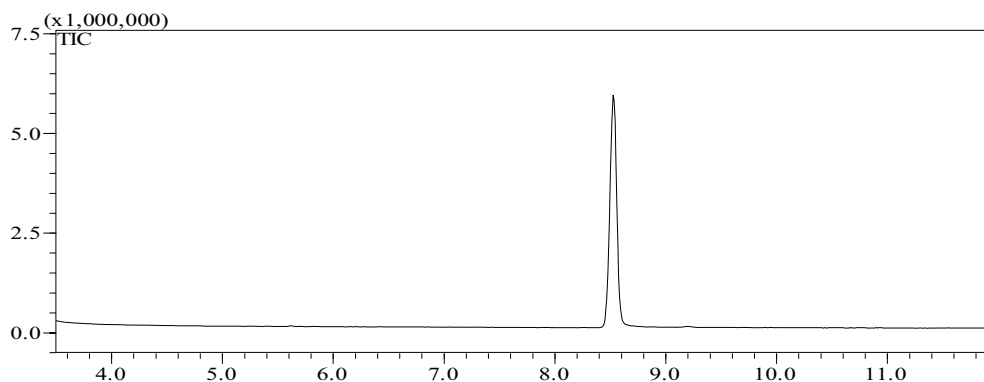


图1 胆固醇标准溶液 (100µg/mL) 的 TIC

表1 胆固醇的特征离子

化合物名称	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
胆固醇	301	386, 275

2.2 标准曲线

取胆固醇标准品溶液，配制浓度为 1, 5, 10, 20, 50, 100 µg/mL 的标准系列溶液。标准曲线如图 2 所示，相关系数 $R=0.9995$ 。以三倍信噪比计算胆固醇最低检出限为 0.42 µg/mL。

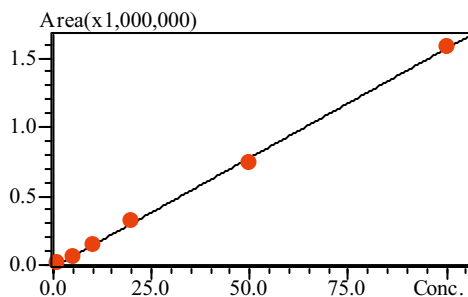


图2 胆固醇的标准曲线图

2.3 重现性测试

100 µg/mL 胆固醇标准溶液重复进样 5 针，结果见表 2，结果表明重现性良好。

表2 胆固醇重现性测试

	1	2	3	4	5	RSD%
面积	651732	652869	665268	657653	692979	2.559
保留时间	8.500	8.497	8.495	8.501	8.502	0.034

2.4 回收率测试

取植物油 1 g，分别加入 5 $\mu\text{g/mL}$ 及 50 $\mu\text{g/mL}$ 胆固醇标样，各平行处理 3 份，回收率如表 3 所示，回收率在 84% - 112% 之间。

表3 加标回收率及重现性(n=3)

加标量 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 (%)			平均值 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
5	84.62	94.32	100.49	93.11	8.54
50	98.22	106.25	111.04	105.17	6.16

2.5 样品分析

对某油样进行检测，测得胆固醇含量为 8.64 $\mu\text{g/mL}$ ，加入 100 $\mu\text{g/mL}$ 胆固醇，回收率为 89.92%。

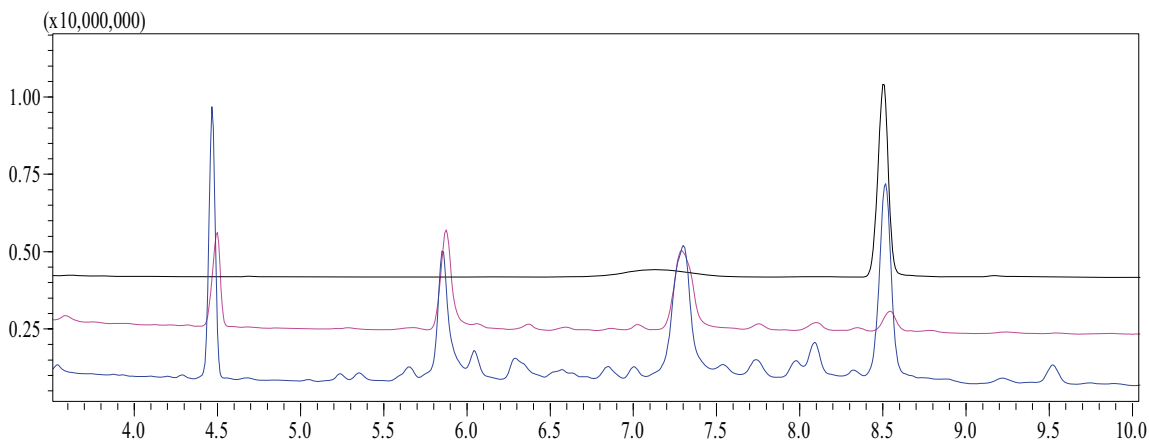


图3 油样及油样加标 TIC 图

黑色：胆固醇标样，红色：油样，蓝色：油样中加100 $\mu\text{g/mL}$ 胆固醇标样。

■ 结论

将样品皂化处理后，利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪对油中的胆固醇进行分析，方法操作简单，重复性好，定量准确，回收率在 84% ~ 112% 之间。